

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-347305

(43)Date of publication of application : 22.12.1994

(51)Int.Cl.

G01F 22/00  
G01N 1/12

(21)Application number : 05-137245

(71)Applicant : HITACHI LTD

(22)Date of filing : 08.06.1993

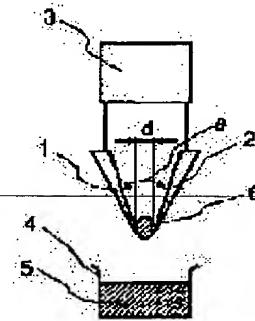
(72)Inventor : MIYAKE TATSUYA

## (54) METHOD AND DEVICE FOR EXTRACTING MINUTE QUANTITY

## (57)Abstract:

**PURPOSE:** To provide a technology and a device having the technology for measuring very minute quantity liquid and realizing handling of extraction and drain.

**CONSTITUTION:** Since an extractor is fixed on an instrument 3 on which needles 1, 2 for extraction are mounted with an angle, it is submerged in a liquid sample 5 contained in a sample vessel 4 and a minute liquid sample 6 is extracted by surface tension between the needles 1, 2 for extraction by lifting the extraction.



(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平6-347305

(43) 公開日 平成6年(1994)12月22日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>  
G 0 1 F 22/00  
G 0 1 N 1/12

識別記号 庁内整理番号  
8201-2F  
B

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数7 O.L (全5頁)

(21) 出願番号 特願平5-137245

(22) 出願日 平成5年(1993)6月8日

(71) 出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72) 発明者 三宅 竜也

埼玉県比企郡鳩山町赤沼2520番地 株式会  
社日立製作所基礎研究所内

(74) 代理人 弁理士 小川 勝男

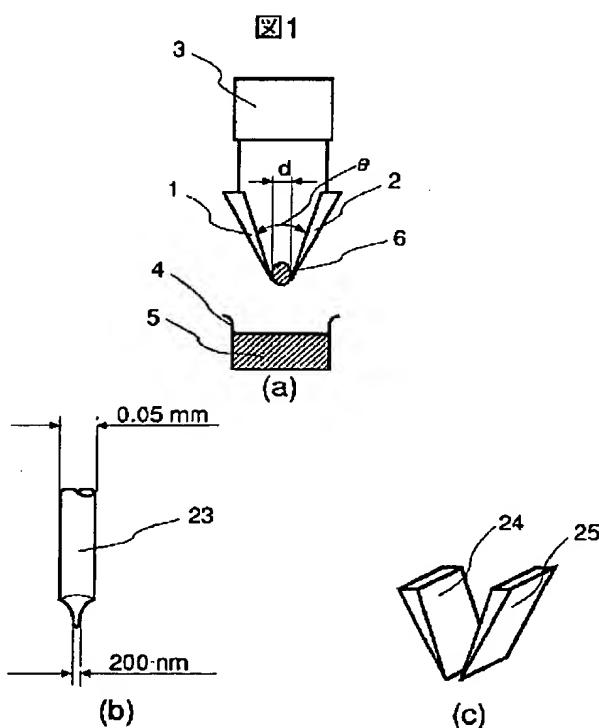
(54) 【発明の名称】 微量抽出方法及びその装置

(57) 【要約】

【目的】 極微量液体の測定、抽出排出のハンドリングを実現するための技術、および、その技術を有した装置を提供することにある。

【構成】 抽出器は抽出用針1、2を角度を付けて取付け器具3に固定したので、試料容器4に入った液体試料5に抽出器をつけ、引き上げることにより、抽出用針1、2間の表面張力で微量液体試料6を抽出する。

【効果】 極微量液体だけを抽出、排出及びハンドリングが可能となり、対象液体の損失を最低限に押さええることが出来る。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】1本もしくは2本以上の針状抽出器の間の表面張力をを利用して微量液体を抽出し、抽出器の形状、幾何学的配置、及び材質の違いによる表面張力の差異により、抽出した微量液体量の制御、測定、または微量液体の排出をすることを特徴とする微量抽出方法。

【請求項2】微量液体抽出量制御のため、2本以上の針間の角度及び間隔を調整することを特徴とする請求項1記載の微量抽出方法。

【請求項3】微量液体抽出量制御のため、抽出器と液体試料表面の位置を検出し、抽出器の挿入深さ、速度を制御する駆動機構を用いることを特徴とする請求項2記載の微量抽出方法。

【請求項4】微量液体抽出量制御及び抽出物排出のため、気体圧力を利用したことを特徴とする請求項3記載の微量抽出方法。

【請求項5】微量液体抽出量制御及び抽出物排出のため、機械的衝撃力を利用したことを特徴とする請求項3記載の微量抽出方法。

【請求項6】微量液体抽出量制御及び抽出物排出のため、超音波振動を利用したことを特徴とする請求項3記載の微量抽出方法。

【請求項7】表面張力をを利用してその先端部に微量液体を抽出する所定の形状及び材質の1本もしくは2本以上の針状抽出器、前記抽出器の幾何学的配置を制御する手段および前記抽出器を3次元方向に移動可能な駆動機構を備えたことを特徴とする微量抽出装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、液体の体積を精密に測定し、液体の抽出、排出及びハンドリング技術に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来技術では、化学用体積計とよばれているものの中で、液体の体積を精密に測定する用途で利用されている主な器具にはメスフラスコ、ビュレット、ピペット、キャビラリー毛管) ピペットなどがある。

【0003】特にキャビラリーピペットは0.2~100mm<sup>3</sup>の溶液を正確にはかり採るためにもので、取扱い易くするため、外径5~6mmの肉厚毛管を用いるか、別の太い管に取り付けて用いる。表面張力の影響が著しく、ガラス面の清浄度、液の排出速度などに十分注意しないと正確な測定は出来ない。液の吸引、排出にはピストンシリングなどを用いる。容量の検度には水銀、ヨウ化メチルなどを用いるが、試料液との表面張力の違いを考慮する必要がある。手動、あるいは機械的にピペット、ピストンシリングを操作することにより自動で、液体の抽出、排出及びハンドリングを行う。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】上記従来技術では、極

微量液体の測定、抽出、排出及びハンドリングは不可能である。これは、キャビラリー内径の最小径の限界による精密測定の問題、抽出、排出の際キャビラリー内外壁に液体が残るなどの問題が有るためである。

【0005】本発明の目的は、極微量液体の測定、抽出、排出及びハンドリングを実現するための技術、および、その技術を有した装置を提供することにある。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】上記目的は、1本もしくは2本以上の針間の表面張力を利用したピペットを作成し、それを用いて極微量液体を測定し、抽出、排出及びハンドリングを行うことにより達成される。針間の開き角度、間隔、及び針の材質による表面張力の違いによって、液体量制御は可能となる。また、気体圧力、超音波振動及び機械振動などの外力により液体量制御、液体排出を行うことができる。

## 【0007】

【作用】本発明の微量抽出方法では、極微量液体だけを抽出でき、排出の際も抽出器の外壁に残留する量を減少させ、対象液体の損失を最低限に押さえることが出来る。また、抽出後の液体量制御が可能となる。

【0008】さらに、構造が簡単であるため、抽出器の洗浄がたやすく、安価に抽出器を作製できる。抽出器の針先を交換することにより、洗浄しなくとも対象液体の種類を変えられる。針先材質の違いにより表面張力が異なるため、これにより、液体量制御範囲を変えることができる。

## 【0009】

【実施例】以下に、本発明を実施例に基づき詳細に説明する。

【0010】(実施例1) 図1(a)に実施例の一つを示した。抽出器は抽出用針1、2を角度を付けて取付け器具3に固定したもので、試料容器4に入った液体試料5に抽出器をつけ、引き上げることにより、抽出用針1、2間の表面張力で微量液体試料6を抽出する。

【0011】抽出用針1、2は、材質がタンクスチタンで先端の曲率半径が約100~200nmの直徑0.05mmの針を用いた。図1(b)に実際のタンクスチタン針23を示した。このタンクスチタン針23は、直徑0.05mmのタンクスチタン線をNaOH水溶液中で電解研磨することで得られた。

【0012】このタンクスチタン針23を用いて、液体試料5に水銀を用いた結果、0.01~1μlの微量液体試料6を抽出し、抽出用針1、2間の角度及び間隔を取付け器具3により大きくすることにより排出することが出来た。ここで、抽出用針1、2間の角度θ及び間隔dは、取付け器具3により任意に調整できるようになっており、この調整により微量液体試料6の量を制御できる。今回の実験では、角度θ及び間隔dの調整はマイクロメーターにより行ったが、必ずしもマイクロメーター

を使う必要はない。

【0013】抽出用針1、2の形状は、針状でなくても構わなく、例えば、図1(c)に示す板状のものでも良い。この板状の抽出器具24、25を用いた場合、タンクスチレン針23と比較して液体試料の抽出量を多くすることが出来た。抽出用針の数は、1本、あるいは2本以上でも構わない。この場合、1本では液体試料の抽出量を非常に小さくでき、逆に複数本では抽出量を大きく出来る。

【0014】抽出した微量液体試料をハンドリングの際、振動で落してしまう恐れがある場合は、抽出用針の数を増やせば良い。

【0015】また、抽出用針の材質は何でも構わなく、材質の違いにより表面張力が異なるため、対象とする液体試料及び抽出量制御範囲に応じて材質を選択する。例えば、テフロン加工した針を用いると液体試料5に付いた際、抽出用針1、2の外部に余分な液体試料が吸着しにくく、抽出排出時に液体試料5を損失することなくハンドリングすることが可能となる。

【0016】微量液体試料6を抽出後、電気分解処理をしたい場合、導電体でできた抽出用針1に正電位、2に負電位を印加することにより液体試料を電気分解することが出来た。

【0017】液体試料の中の負イオン、あるいは、正イオンだけを抽出したい場合、抽出用針1、2を中心が導電体、表面が絶縁体とすることにより、その針1、2に正電位を印加して微量液体試料6を抽出すると、負イオンだけを抽出することが出来た。さらにその針1、2の電位を逆にすることにより正イオンをだけを抽出することが出来た。この場合、電気的に針に抽出物が吸着しているため、ハンドリング中、振動を加えても落ちることはなかった。

【0018】(実施例2) 実施例1においては、抽出した微量液体試料6の量制御や排出などは針間の角度及び間隔を制御して行う。しかし、取扱い試料によっては、極微量の制御、排出が簡単にできない場合がある。そこで、空気圧力の外力を利用してその制御、排出を行うことができる。図2にその実施例の一つを示した。

【0019】図2において、ノズル7から圧縮空気8を送り出すことによって抽出した微量液体試料6の量を制御した。圧縮空気コントローラ9でその空気圧力を可変することにより量制御を精密に行うことができた。また、圧縮空気を送り出すだけではなく、ノズル7より空気を吸引することでも同じ効果が得られた。さらに、液体試料を抽出した後ではなく抽出する際に圧縮空気を使用しても量制御は可能であった。液体試料の排出は圧縮空気の圧力を高めることにより行う。図2では、ノズル7は抽出器の針1、2の内部についているが、ノズルから抽出器全体に圧縮空気の流れを作用させるものとしても良い。このことにより、抽出用針1、2の外部に余分

な液体試料を残すことなく排出できた。

【0020】取扱い試料が空気中に曝されると酸化、窒化、およびその他の化学変化を起こすものについては、化学変化しないように空気の代わりにヘリウムなどの不活性な希ガスを用いる。

【0021】(実施例3) 実施例1においては、抽出した微量液体試料6の量制御や排出などは針間の角度及び間隔を制御して行う。しかし、取扱い試料によっては、極微量の制御、排出が簡単にできない場合がある。また、実施例2においては、圧縮空気の圧力で微量液体試料6の排出を行うため、排出の際、液体試料が勢い良く飛び出し、所定の位置に排出できない場合がある。そこで、超音波の外力を利用してその制御、排出を行うことができる。図3にその実施例の一つを示した。

【0022】図3において、超音波発信器10から超音波11を弱く送り出すことによって抽出した微量液体試料6の量を制御した。発信器コントローラ12でその超音波の強度及び周波数を可変することにより量制御を精密に行うことができた。また、液体試料を抽出した後ではなく抽出する際に超音波を使用しても量制御は可能であった。液体試料の排出は超音波の強度を高めることにより行う。図3では、超音波発信器10は抽出器の針1、2の内部についているが、抽出器外部、例えば、横方向から超音波を照射しても構わない。このことにより、抽出用針1、2の外部に吸着している余分な液体試料をほぼ完全に除去出来た。

【0023】(実施例4) 実施例1においては、抽出した微量液体試料6の量制御や排出などは針間の角度及び間隔を制御して行う。しかし、取扱い試料によっては、極微量の制御、排出が簡単にできない場合がある。また、実施例2においては、圧縮空気の圧力で微量液体試料6の排出を行うため、排出の際、液体試料が勢い良く飛び出し、所定の位置に排出できない場合がある。そこで、機械振動を利用してその制御、排出を行うことができる。図4にその実施例の一つを示した。

【0024】図4において、機械的振動機構13により抽出器全体1～3を振動することによって抽出した微量液体試料6の量を制御した。コントローラ14でその機械振動の強度及び周波数を可変することにより量制御を精密に行うことができた。また、液体試料を抽出した後ではなく抽出する際に機械振動を与えてでも量制御は可能であった。液体試料の排出は機械振動の強度を高めることにより行う。図4では、機械振動は縦方向に与えているが、横方向に振動させても構わない。

【0025】(実施例5) 実施例1～4においては、抽出した微量液体試料6の量制御は針間の角度、間隔及び外力を制御して行う。しかし、精密な量制御は、抽出の際、抽出器の針1、2の液体試料5への挿入深さ、速度を制御することでも可能である。図5にその実施例の一つを示した。

【0026】実施例5は、実施例1に上下駆動機構15、位置制御コントローラ16、抽出器および液体試料表面位置検出器17を加えて改良したものである。ここで、実施例2～4に同様の改良を加えたものでも構わない。図5において、位置検出器17により抽出器－液体試料表面間の距離を検出し、位置制御コントローラ16にその信号を送る。上下駆動機構15を位置制御コントローラで駆動させて抽出器全体1～3を液体試料5に挿入し、引き上げることにより微量液体試料6を抽出した。この挿入深さ、速度を制御することにより、繰返し抽出した場合の微量液体試料の絶対量精度を上げることが出来た。

【0027】(実施例6)実施例1～5においては、抽出した微量液体試料6の量制御は、針間の角度、間隔の制御及び外力を印加することや抽出の際、抽出器の針1、2の液体試料5への挿入深さ、速度を制御することで可能である。しかし、抽出後の液体試料5及び試料容器4の重量を測定することにより、微量液体試料6の絶対量精度を向上させることも可能である。図6にその実施例の一つを示した。

【0028】図6は、実施例5に秤量器18、秤量コントローラ19を加えて改良したものである。図6において、抽出後の液体試料5及び試料容器4の重量を秤量器18により測定し、その測定値を秤量コントローラ19に送り、液体試料の密度から抽出した微量液体試料6の容量を算出する。その算出した容量の信号を位置制御コントローラ16に送り、抽出器の針1、2の液体試料5への挿入深さ、速度ヘフィードバック制御することにより、繰返し抽出した場合の微量液体試料の絶対量精度を上げることが出来た。

【0029】(実施例7)実施例1～6においては、抽出した微量液体試料6のハンドリングに関しては手動で行うが、量制御機構も含めた抽出器全体を自動移動装置に組み込むことにより微量液体の抽出、排出及びハンドリングを全自動で行い、微量液体取扱いの作業効率の向上が出来る。図7にその実施例の一つを示した。

【0030】図7は、実施例5に自動移動機構20、受用試料容器21を加えて改良したものである。ここで、実施例6に同様の改良を加えたものでも構わない。図7において、位置検出器17により抽出器と液体試料表面間との距離を検出し、位置制御コントローラ16に信号を送る。上下駆動機構15をその信号に応じて位置制御

コントローラ16で駆動させて抽出器の針1、2を液体試料5に挿入し、引き上げることにより微量液体試料6を抽出した。抽出した微量液体試料6は、位置制御コントローラ16で制御された自動移動機構20により、受用試料容器21のところまで移動し、微量液体試料を排出することによりハンドリングの自動化が出来た。

【0031】さらに受用試料容器21と抽出微量液体試料22の重量を実施例6と同様な方法で計測することにより、極微量の制御が可能であった。抽出器、試料容器を複数個並べてハンドリングすることにより、同時に多種類の極微量液体試料を取扱うことができる自動化システムを構築することも可能である。

### 【0032】

【発明の効果】本発明によれば、極微量液体だけを抽出、排出及びハンドリングが可能となり、対象液体の損失を最低限に押さえることが出来る。また、抽出後の液体量計測、制御が容易になる。さらに、構造が簡単であるため、抽出器の洗浄がたやすく、安価に抽出器を作製できる。抽出器の針先を交換することにより、洗浄しなくても対象液体の種類を変えたり、針先材質の違いにより表面張力が変化するため、液体量制御範囲を可変でき、目的の精度で極微量のものを取扱うことが出来る。

### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1の実施例を示すブロック図。

【図2】本発明の第2の実施例を示すブロック図。

【図3】本発明の第3の実施例を示すブロック図。

【図4】本発明の第4の実施例を示すブロック図。

【図5】本発明の第5の実施例を示すブロック図。

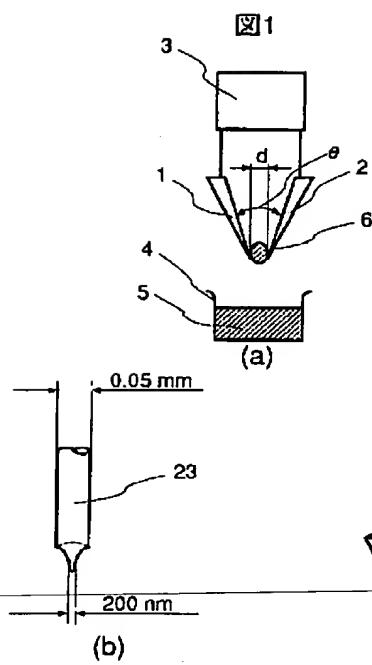
【図6】本発明の第6の実施例を示すブロック図。

【図7】本発明の第7の実施例を示すブロック図。

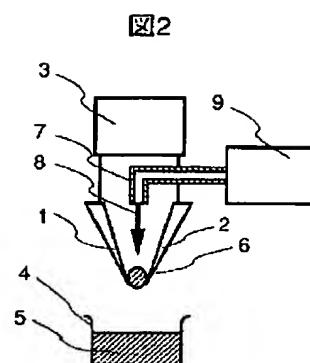
### 【符号の説明】

1…抽出用針、2…抽出用針、3…取付け器具、4…試料容器、5…液体試料、6…微量液体試料、7…ノズル、8…圧縮空気、9…圧縮空気コントローラ、10…超音波発信器、11…超音波、12…発信器コントローラ、13…機械的振動機構、14…コントローラ、15…上下駆動機構、16…位置制御コントローラ、17…抽出器の液体試料表面に対する位置検出器、18…秤量器、19…秤量コントローラ、20…自動移動機構、21…受用試料容器、22…抽出微量液体試料、23…タングステン針、24…板状抽出器具、25…板状抽出器具。

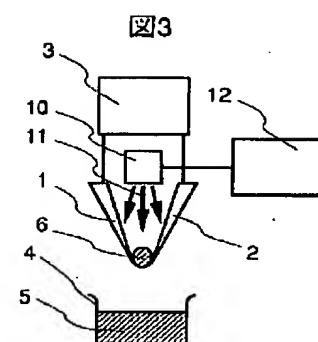
【図1】



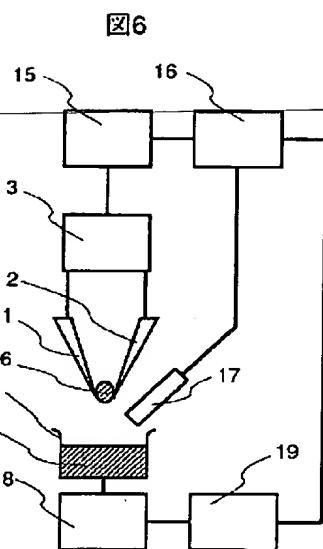
【図2】



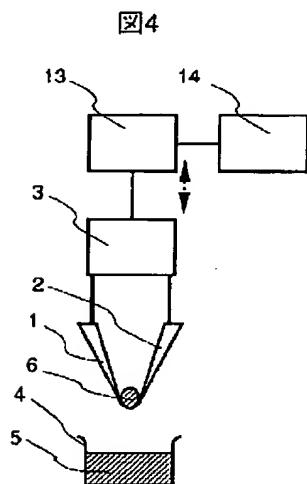
【図3】



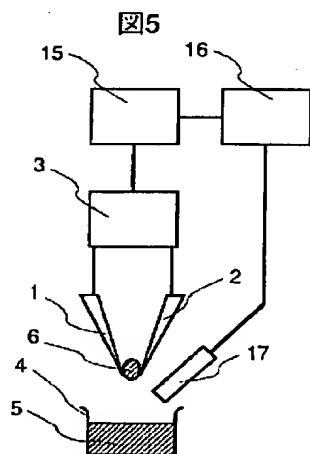
【図6】



【図4】



【図5】



【図7】

